

液相色谱-串联质谱法检测纸质食品接触材料印刷 UV 油墨中 18 种光引发剂的残留量

袁琳嫣, 杨建平, 赵 镭*

(上海市质量监督检验技术研究院, 上海 100083)

摘要: 目的 建立液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)测定纸质食品接触材料印刷 UV 油墨中 18 种光引发剂含量的分析方法。**方法** 样品经乙腈提取, 离心净化后, 经 ZORBAX Eclipse Plus-C₁₈RRHD 色谱柱分离, 采用 0.1% 甲酸水(A)和 0.1% 甲酸-乙腈(B)作为流动相进行梯度洗脱, 采用多离子检测模式对光引发剂的定量离子和定性离子进行监测。**结果** 18 种光引发剂在 3~37.5 ng/mL 的浓度范围内线性关系良好, 相关系数大于 0.99, 在 10、45 和 75 ng/g 添加水平的回收率为 90.1%~109%, 相对标准偏差为 0.4%~9.6%(n=6), 定量限为 0.1~10 mg/kg。**结论** 该方法快速、准确、灵敏, 适合测定食品接触材料印刷 UV 油墨中 18 种光引发剂的残留量含量。

关键词: 光引发剂; 液相色谱-串联质谱法; 纸质食品接触材料

Determination of 18 photoinitiator residues in paper-made food packaging materials with printing UV-ink by liquid chromatography-tandem mass spectrometry

YUAN Lin-Yan, YANG Jian-Ping, ZHAO Lei*

(Shanghai Institute of Quality Inspection and Technical Research, Shanghai 100083, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of 18 photoinitiators in paper-made food packing materials with printing UV-ink by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). **Methods** The samples were extracted by acetonitrile and purified by centrifugation, separated with ZORBAX Eclipse plus-C₁₈RRHD column by gradient elution using 0.1% formic acid water (A) and 0.1% formic acid-acetonitrile (B) as mobile phases. The quantitative and qualitative ions of photoinitiator were monitored by multi-ion detection. **Results** Totally 18 kinds of photoinitiators had good linear relationship in the concentration range of 3~37.5 ng/mL, and the correlation coefficients were more greater than 0.99. The recoveries at the addition levels of 10, 45, and 75 ng/g were 90.1%~109%, the relative standard deviations were 0.4%~9.6% (n=6), and the limit of quantification was 0.1~10 mg/kg. **Conclusion** The proposed method is fast, accurate and sensitive, which is suitable for detecting the 18 photoinitiators in paper-made food packing materials.

KEY WORDS: photoinitiators; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; paper-made

基金项目: 上海市质量监督检验技术研究院项目(KY-2018-7-QH)

Fund: Supported by Shanghai Institute of Quality Inspection and Technical Research Shanghai (KY-2018-7-QH)

*通讯作者: 袁琳嫣, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品相关产品质量与安全检测以及相关的风险评估。E-mail: yuanly@sqi.org.cn

*Corresponding author: YUAN Lin-Yan, Master, Engineer, Shanghai Institute of Quality Inspection and Technical Research, No.900, Jiangyue Road, Minhang District, Shanghai 100083, China. E-mail: yuanly@sqi.org.cn

food packing materials

1 引言

光引发剂(photoinitiators, PIs)是固化体系的关键组分,光引发剂的混合物被广泛应用于光聚物,在紫外光作用下,光引发剂分解为自由基,从而引发聚合反应使墨水或清漆固化在衬底上。然而,光引发剂并不总是在印刷过程后完全被利用或除去,应用于包装材料外表面的低分子量的光引发剂残留在食品包装材料中的事件仍然存在^[1]。光引发剂具有一定的毒性,对皮肤也有一定的刺激作用和接触毒性,甚至有的有致癌性和生殖性毒性;它们既容易挥发又容易迁移,给被包装食品带来难闻的气味,甚至毒性,为人体带来一定的健康危害^[2]

针对光引发剂的限制要求在欧盟、中国等国家相关法规中已经开始体现。2007年,在欧盟 ResAP(2002)1 决议《关于拟与食品接触的纸和纸板材料及制品》中,明确禁止使用 4,4-双(二甲基氨基)二苯酮(MK, CAS No 90-94-8)和 4,4-双(二乙基氨基)二苯酮(DEAB, CAS No 90-93-7)^[3]。我国也在 GB 9685-2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品用添加剂使用标准》^[4]规定油墨中对 2,4-二羟基二苯甲酮(CAS: 1137-42-4)的特定迁移量(specific migration limit, SML)为 6 mg/kg。2016年,中国环境保护部公告第 63 号,发布了标准 HJ 2542-2016《环境标志产品技术要求 胶印油墨》,该标准明确提出能量固化油墨不添加二苯甲酮(benzophenone, BP)、异丙基硫杂蒽酮(isopropylthioxanthone, ITX)、2-甲基-1-(4-甲基硫代)苯基]-2-(4-吗啉基)-1-丙酮(907)作为光引发剂^[5]。

目前文献报道较多的是关于食品接触材料或食品中光引发剂的检测方法,主要包括液相色谱法^[6,7]、液相色谱-串联质谱法^[8,9]、气相色谱-串联质谱法^[10-13]、超临界流体色谱法^[14]、凝胶渗透色谱-气相色谱串联质谱法^[15,16]。虽然上面所介绍的研究方法已经能表明有一些方法可以定量印刷 UV 油墨中的光引发剂,但在实际印刷 UV 油墨的工艺中,常常需要使用多种光引发剂,所以多种光引发剂同时检测是发展趋势,且目前关于多种光引发剂同时检测的研究相对较少。因此迫切需要一种快速、简单、高通量的分析方法去鉴定和定量涵盖市面上尽可能多的 UV 油墨食品包装的光引发剂迁移的含量,以及尽可能低的检出限。

本研究利用液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)建立了纸质食品接触材料印刷 UV 油墨中 18 种光引发剂的含量测定方法,该方法操作简单、灵敏度高,准确可靠,可为监管部门实施产品质监控,生产企业实现产品质量提升,提供可靠的技术支持。

2 材料与方 法

2.1 仪器与试剂

Agilent 1260-6460 液相色谱-三重四级杆质谱仪(美国安捷伦科技有限公司); XPE 205 型电子天平(瑞士梅特勒-托利多仪器公司); 0412-1 离心机(上海手术机械厂); XW80A 漩涡混合器(其林贝尔仪器制造有限公司); Milli Q 超纯水仪(美国 Millipore 公司); KUDOS 超声波清洗器(上海科导超声仪器有限公司)。

18 种光引发剂标准物质: 2-羟基-4-甲氧基苯甲酮((2-hydroxy-4-(2-hydroxyethoxy)-2-methylpropiofenone, HMMP, 纯度 $\geq 96\%$, CAS: 131-57-7)、2-甲基-1-[4-(甲基硫代)苯基]-2-(4-吗啉基)-1-丙酮(2-methyl-1-[4-(methylthio)phenyl]-2-(4-morpholinyl)-1-propanone, Irgacure 907, 纯度 $\geq 98\%$, CAS:71868-10-5)、4-羟基二苯甲酮(4-hydroxybenzophenone, 4-HBP, 纯度 $\geq 98\%$, CAS: 1137-42-4)、1-羟基环己基苯基酮(1-hydroxycyclohexyl phenyl ketone, HCPK, 纯度 $\geq 99\%$, CAS: 947-19-3)、4-二甲氨基苯甲酸乙酯(ethyl-4-dimethylaminobenzoate, EDMAB, 纯度 $\geq 99\%$, CAS: 10287-53-3)、苯甲酮(benzophenone, BP, 纯度 $\geq 99.9\%$, CAS: 119-61-9)、4-(二甲氨基)二苯甲酮(4-(dimethylamino)benzophenone, DMBP, 纯度 $\geq 98\%$, CAS:530-44-9)、4,4-二甲氨基苯基苯甲酮(4,4'-bis(dimethylamino)benzophenone, MK, 纯度 $\geq 98\%$, CAS: 90-94-8)、2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮(2,2-dimethoxy-2-phenyl acetophenone, DMPA, 纯度 $\geq 98\%$, CAS: 24650-42-8)、4-甲基二苯甲酮(4-methylbenzophenone, MBP, 纯度 $\geq 99.9\%$, CAS: 134-84-9)、2-羟基-4'-(2-羟乙氧基)-2-甲基苯丙酮(2-hydroxy-4-methoxybenzophenone, HMBP, 纯度 $\geq 98\%$, CAS: 106797-53-9)、2-乙基蒽醌(2-ethylanthraquinone, EA, 纯度 $\geq 97\%$, CAS: 84-51-5)、4,4'-双(二乙氨基)苯甲酮(4,4'-bis(diethylamino)benzophenone, DEAB, 纯度 $\geq 99\%$, CAS: 90-93-7)、2-氯噻吨-9-酮(2-chloro-9H-thioxanthene-9-one, CTX, 纯度 $\geq 98\%$, CAS: 86-39-5)、4-苯甲酰基联苯(4-phenylbenzophenone, PBZ, 纯度 $\geq 98\%$, CAS: 2128-93-0)、2-异丙基噻吨酮(2-isopropyl-9H-thioxanthene-9-one, ITX, 纯度 $\geq 98\%$, CAS: 5495-84-1)、1-氯-4-丙氧基硫杂蒽-9-酮(1-chloro-4-ropoxy=9H-thioxanthene-9-one, CPTX, 纯度 $\geq 97\%$, CAS: 142770-42-1)、对二甲氨基苯甲酸异辛酯(2-ethylhexyl-4-dimethylaminobenzoate, EDB, 纯度 $\geq 98\%$, CAS: 21245-02-3)(日本 TCI 公司)。

乙腈、甲醇(色谱纯,美国 Fisher 公司); 甲酸(色谱纯,美国 ACS lab 公司); 0.22 μm 尼龙滤膜(美国 Millipore 公司);

实验室用水为 Milli-Q 超纯水。

2.2 实验方法

2.2.1 溶液配制

18种光引发剂的混合标准储备液配制:分别准确称取18种标准品10.00 mg于10 mL棕色容量瓶中,甲醇溶解定容,配制成浓度约为1000 mg/L标准储备液,于4 °C棕色玻璃瓶中保存。

18种光引发剂的标准中间溶液配制:吸取3.0 mL混合标准液贮备于100 mL棕色容量瓶,甲醇溶解定容,配制成浓度为30 mg/L中间溶液,于4 °C棕色玻璃瓶中保存。再将30 mg/L的混合标准溶液用甲醇稀释至3 mg/L混合标准溶液,现配现用。

18种光引发剂的标准工作曲线溶液的制备:分别准确吸取3 mg/L混合标准中间溶液0.010、0.025、0.050、0.075、0.100、0.125 mL于6个10 mL棕色容量瓶中,再用0.1%甲酸水-0.1%甲酸乙腈(60:40, V:V)稀释成浓度为0.003、0.0075、0.015、0.0225、0.0375 mg/L的混合标准系列工作溶液,0.22 μm微孔滤膜过滤,现配现用。

2.2.2 样品前处理

称取已剪碎的样品3.00 g于50 mL离心管中,准确加入10 mL乙腈,超声萃取40 min,离心(4000 r/min, 10 min),取上清液,过0.22 μm滤膜备用。

2.2.3 液相色谱-串联质谱条件

(1) 液相色谱条件

安捷伦 ZORBAX Eclipse Plus-C₁₈RRHD 色谱柱(2.1 mm×50 mm, 1.8 μm), 流动相: 0.1%甲酸水(A)-0.1%甲酸乙腈(B), 流速: 0.3 mL/min, 进样体积: 2 μL, 柱温: 25 °C。梯度洗脱程序: 0~4.0 min, 40% B; 4.0~10.0 min, 5%~95% B; 10min~18.0 min, 95%~40% B。

(2) 质谱条件

离子源: 电喷雾电离 AJS ESI⁺, 检测方式: 多反应监测; 干燥气: 氮气, 流速: 7 L/min, 干燥气温度: 230 °C; 雾

化器压力: 20 psi,

鞘气温度: 380 °C, 鞘气流速: 11 L/min, 喷嘴电压: 1000 V, 毛细管电压: 3500 V; 离子驻留时间: 15 ms。

3 结果与分析

3.1 色谱条件的优化

3.1.1 流速的选择

实验选择了小颗粒硅羟基填料的高惰性柱 ZORBAX Eclipse Plus-C₁₈RRHD(2.1 mm×50 mm, 1.8 μm); 考察了不同流速(0.3 mL/min 和 0.4 mL/min)的分离效果及峰形。结果表明, 当流速为 0.3 mL/min 时, 各组分的色谱峰分离较好, 有利于提高离子化效率, 并且经梯度洗脱获得分离效果最理想, 如图1所示。

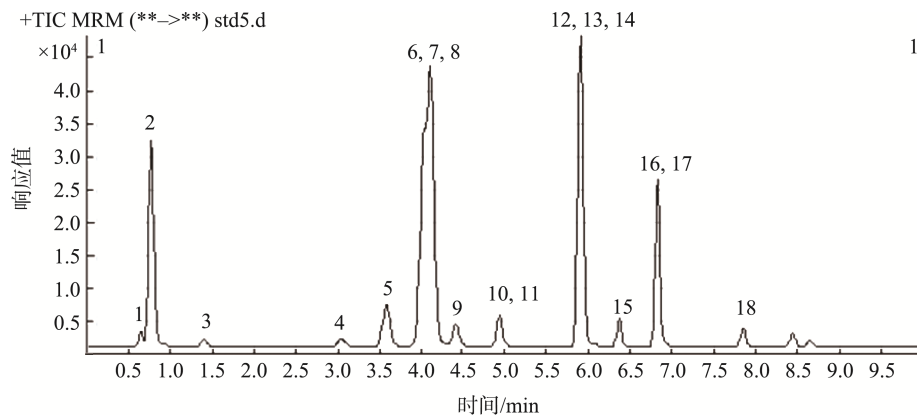
3.1.2 流动相的选择

基于光引发剂易溶于甲醇和乙腈, 微溶于水的物理性质, 选择反相色谱常用的流动相体系甲醇-水和乙腈-水进行考察。考虑到在质谱正离子模式下, 甲酸可使目标物预形成[M+H]⁺, 有助于促进质子离子化, 从而提高分析灵敏度。由于是梯度洗脱, 为了保证流动相的酸度和各待测物的分离效果, 选用0.1%甲酸水-0.1%甲酸乙腈作为最佳流动相, 甲醇是氢键型溶剂, 洗脱强度弱于质子惰性的乙腈, 所以相对于甲醇-水体系和0.1%甲酸水-乙腈体系流动相, 灵敏度更高, 峰形尖锐对称, 分离度更好。

优化条件下, 18种光引发剂的提取离子色谱图, 见图2。

3.2 质谱条件优化

将18种混合标准储备溶液用甲醇稀释成浓度为15 μg/L的溶液, 采用MRM模式对待测物进行质谱参数优化。在ESI⁺模式下进行全扫描, 可获得理想的准分子离子峰[M+H]⁺。以准分子离子峰为母离子, 调节适当的裂解电压, 选择响应值较高的2个碎片作为子离子和母离子组对离子对, 同时分别优化各离子对的碰撞能量、毛细管电压、雾化气、鞘气等参数, 最终获得如表1所示质谱条件。



注: 图上编号与表1对应

图1 18种光引发剂的总离子流图

Fig.1 Total ion chromatogram of 18 photoinitiators

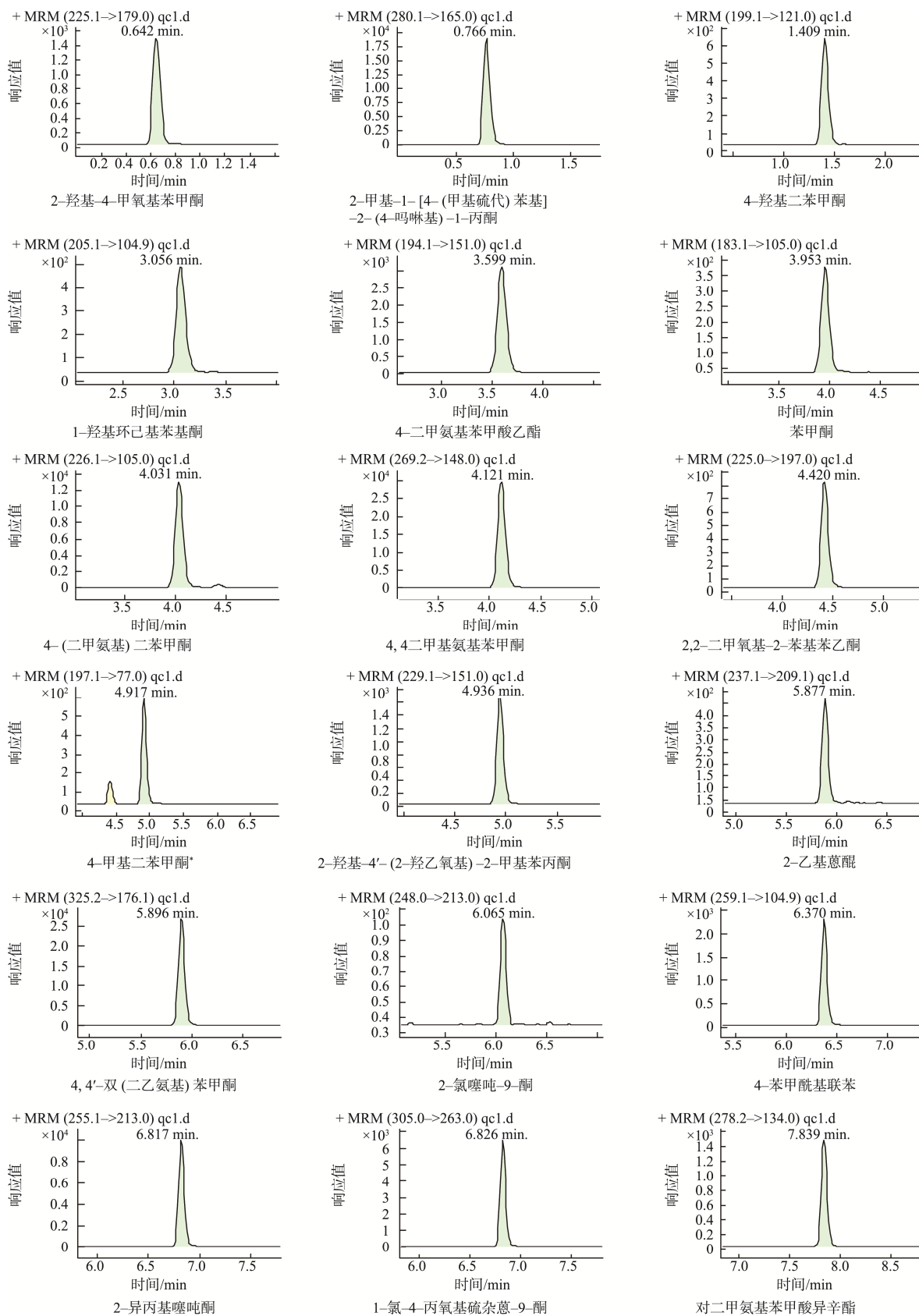


图 2 18 种光引发剂的提取离子色谱图

Fig.2 Ion extracted chromatograms of 18 photoinitiators

3.3 方法学验证

按 2.2.1 配制不同浓度的混合标准曲线工作液,依次进样,以所测目标物的峰面积为纵坐标(Y),浓度为横坐标(X , ng/L),绘制标准曲线,得到线性方程及回归系数(r)。实验结果显示 18 种光引发剂在 3~37.5 ng/mL 范围内呈良好的线性关系,相关系数(r^2)均大于 0.994,检出限($S/N=3$)为 0.04~1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$,定量限($S/N=10$)为 0.1~

10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

准确称取空白样品 3.0g,平均分成 3 份,分别定量加入混合标准溶液,设定低、中、高 3 个浓度加标水平(30 ng, 135 ng, 225 ng),按照 2.2.2 方法进行样品前处理和上机测定,计算出相应目标化合物的加标回收率及相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)。结果表明,加标回收率在 90.1%~109%,RSD 在 0.4%~9.6%,数据见表 2。

表 1 18 种光引发剂的 MRM 模式优化参数
Table 1 MRM optimized parameters of 18 photoinitiators

编号	化合物	保留时间 /min	前体离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碎裂电压 /V	碰撞能量 /eV
1	2-羟基-4-甲氧基苯甲酮(HMMP)	0.64	225.1	179*,107	110	9,40
2	2-甲基-1-[4-(甲基硫代)苯基]-2-(4-吗啉基)-1-丙酮(Irgacure 907)	0.77	280.1	165*,88.1	120	17,21
3	羟基二苯甲酮 (4-HBP)	1.41	199.1	121*,93	110	13,35
4	1-羟基环己基苯基酮(HCPK)	3.06	205.1	105*,77	65	13,41
5	4-二甲氨基苯甲酸乙酯(EDMAB)	3.60	194.1	134,151*	110	25, 21
6	苯甲酮(BP)	3.95	183.1	105*,77	110	13, 30
7	4-(二甲氨基)二苯甲酮(DMBP)	4.03	226.1	105*,77	114	21, 45
8	4,4 二甲基氨基苯甲酮(MK)	4.12	269.1	254,148*	140	17, 21
9	2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮(DMPA)	4.42	225	197*,165	170	20, 40
10	4-甲基二苯甲酮(MBP)	4.92	197	105*,77	100	9,40
11	2-羟基-4'-(2-羟乙氧基)-2-甲基苯丙酮(HMBP)	4.94	229.1	151*,105	100	13, 17
12	2-乙基蒽醌(EA)	5.88	237.	209*,152	144	21, 41
13	羟苯羟麻黄碱(DEAB)	5.90	325.2	176*,281	170	25, 25
14	2-氯噻吨-9-酮 (CTX)	6.06	248	213*,185	135	25,20
15	4-苯甲酰基联苯(PBZ)	6.37	259	152,105*	114	49, 17
17	异丙基噻吨酮(ITX)	6.81	255	213*,184	140	17,40
16	氯-4-丙氧基硫杂蒽-9-酮(CPTX)	6.83	306	264*,172	120	21,40
18	对二甲氨基苯甲酸异辛酯(EDB)	7.84	278	134*,107	140	25,25

注: *为定量离子。

表 2 18 种光引发剂类化合物的线性方程、相关系数、回收率、相对标准偏差,检出限和定量限($n=6$)

Table 2 Linear equations, correlation coefficients, recoveries, relative standard deviations, limits of detection and limits of quantitation of 18 photoinitiator compounds ($n=6$)

化合物	线性方程	相关系数 r^2	平均回收率%			重现性/%			检出限 /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	定量限 /($\mu\text{g}/\text{kg}$)
			(30、135、225 ng)	(30、135、225 ng)	(30、135、225 ng)	(30、135、225 ng)	(30、135、225 ng)			
HMMP	$Y=821688X+821.67$	0.997	90.5	104	104	3.6	5.1	4.1	1	2
Irgacure907	$Y=11518240X+8017.20$	0.995	91.3	98.4	101	1.4	4.2	9.4	0.04	0.1
4-HBP	$Y=440216X+348.77$	0.998	90.1	103	102	6.7	5.5	6.3	1	4
HCPK	$Y=558337X-97.81$	0.997	101	104	98.8	4.9	2.5	1.4	0.4	1
EDMAB	$Y=4106927X-1342.58$	0.996	106	105	102	0.4	3.0	1.7	0.04	0.1
BP	$Y=455160X+234.58$	0.996	94.5	108	103	9.6	4.4	3.1	0.4	1

续表 2

化合物	线性方程	相关系数 r^2	平均回收率%			重现性/%			检出限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	定量限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
			(30、135、225 ng)	(30、135、225 ng)	(30、135、225 ng)	(30、135、225 ng)	(30、135、225 ng)	(30、135、225 ng)		
DMBP	$Y=7143456X+239.19$	0.996	100	105	100	1.1	5.4	4.8	0.04	0.1
MK	$Y=20439677X+3647.45$	0.996	98.9	107	105	2.1	3.6	3.1	0.04	0.1
DMPA	$Y=397447X+10.20$	0.995	103	107	104	4.7	6.1	4.8	0.4	2
MBP	$Y=552432X+970.57$	0.997	100	106	101	9.0	5.3	2.1	4	10
HMBP	$Y=1057189X+66.83$	0.999	103	92	93	7.5	3.7	8.6	0.7	2
EA	$Y=279579X+58.62$	0.996	105	109	108	8.9	2.8	1.7	0.4	1
DEAB	$Y=21613587X+20726.99$	0.999	93.9	108	108	4.8	1.3	1.6	0.04	0.1
CTX	$Y=28026X+59.18$	0.994	109	98.3	104	4.2	4.0	2.2	4	10
PBZ	$Y=1291164X+440.18$	0.998	90.8	103	103	3.1	2.5	2.1	0.1	0.4
ITX	$Y=3331228X+1979.04$	0.998	101	108	109	3.4	8.0	3.4	0.04	0.1
CPTX	$Y=2032453X+45.86$	0.999	90.2	106	106	2.1	4.7	3.7	0.04	0.1
EDB	$Y=1125346X-620.29$	0.995	109	106	103	5.1	4.6	2.3	0.2	1

3.4 实际样品测定

利用本方法对 6 种烘焙纸质印刷 UV 油墨的玛芬蛋糕模样品进行检测, 如表 3, 6 个样品中, 除了 1 个样品所有光引发剂都没检出外, 其余 5 个都检出有 MBP、HCPK、DEAB、907 的残留, 其中 MBP 残留最高。

表 3 实际样品检测结果(mg/kg)
Table 3 Test results of actual sample (mg/kg)

	1	2	3	4	5	6
MBP	0.49	0.02	N.D.	0.38	0.02	0.03
HCPK	N.D.	0.02	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
Irgacure907	0.03	N.D.	N.D.	0.03	0.02	N.D.
DEAB	0.11	N.D.	N.D.	0.12	0.07	0.02

注: 其中 N.D. 为未检出。

4 结 论

将样品剪碎, 用乙腈对样品进行提取, 提取液经过离心过滤, 以 LC-MS/MS 法测定, 建立一种检测纸质食品包装材料 UV 油墨中 18 种光引发剂的分析方法。该方法对前处理条件进行了优化, 具有易操作、高灵敏度、高精密度特点。选取了市场上纸质食品接触材料进行试验的检测结果表明, 这些光引发剂有一定程度的存在, 为保证相关包装材料的安全卫生要求, 同时降低我国此类产品的风险, 应引起关注。

参考文献

- [1] Gilbert J, Castle L, Jickells SM, *et al.* Current research on food contact materials undertaken by the UK ministry of agriculture, fisheries and food [J]. *Food Addit Contam*, 1994, 11(2): 231-240.
- [2] Barners KA, Sinclair CR, Watson DH. Chemical migration and food contact materials [M]. Oxford: CPC Press, 2007.
- [3] Policy statement concerning paper and board materials and articles intended to come into contact with foodsuffs of 02 December 2009 [EB/OL]. [2009-12-02]. <http://www.foodcontactmaterials.com/materials/policy%20document%20paper.pdf>.
- [4] GB 9685-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品用添加剂使用标准[S].
GB 9685-2016 National food safety standard-Standard for the use of additives in food contact materials and articles [S].
- [5] 徐莹. 食品包装行业中 UV 油墨光引发剂的危害、法规要求及其替代[J]. *绿色包装*, 2017, (10): 54-58.
Xu Y. Hazards, regulations and alternatives of UV ink photoinitiators in food packaging industry [J]. *Green Pack*, 2017, (10): 54-58.
- [6] Sanches-Silva A, Andre C, Castanheira I, *et al.* Study of the migration of photoinitiators used in printed food-packaging materials into food stimulants [J]. *Agric Food Chem*, 2009, 57(20): 9516-9523.
- [7] 韩伟, 庞震, 张媛媛, 等. 超高压液相色谱测定食品接触材料印刷油墨中光引发剂[J]. *食品安全质量检测学报*, 2013, 4(4): 1005-1009.
Han W, Pang Z, Zhang YY, *et al.* Determination of photo-initiators in printing ink on food contact material by ultra-pressure liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2013, 4(4): 1005-1009.
- [8] Shen D, Lian HZ, Ding T, *et al.* Determination of low-level ink photoinitiator residues in packaged milk by solid-phase extraction and LC-ESI/MS/MS using triple-quadrupole mass analyzer [J]. *Anal Bioam Chem*, 2009, 395(7): 2359-2370.

- [9] 张居舟; 陶固帅; 尚光志, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定食品塑料包装材料中 5 种光引发剂及其迁移规律[J]. 理化检验(化学分册), 2017, (11): 1246-1251.
- Zhang JZ, Tao GS, Shang GZ, *et al.* Determination of 5 photoinitiators in food plastic packaging materials and their migration rules by UHPLC-MS/MS [J]. *Phys Test Chem Anal (Part B: Chem Anal)*, 2017, (11): 1246-1251.
- [10] Hoeck EV, Schaetzen TD, Pacquet C, *et al.* Analysis of benzophenone and 4-methylbenzophenone in breakfast cereals using ultra sonic extraction in combination with gas chromatography-tandem mass spectrometry (GC-MS/MS) [J]. *Anal Chin Acta*, 2010, 663(1): 55-59.
- [11] 刘艳, 张强, 顾华, 等. 气相色谱-质谱同时测定食品包装材料中 9 种光引发剂[J]. 分析科学学报, 2017, (6): 812-816.
- Liu Y, Zhang Q, Gu H, *et al.* Simultaneous determination of nine photoinitiators in food packaging materials by GC-MS [J]. *J Anal Sci*, 2017, (6): 812-816.
- [12] 徐文泱, 陈华. 气质联用法同时检测高脂食品中 14 种光引发剂[J]. 食品与机械, 2018, 8: 54-59.
- Xu WY, Chen H. Simultaneous determination of 14 photo-initiators in fatty food by GC/MS [J]. *Food Mach*, 2018, 8: 54-59.
- [13] 徐文泱, 刘漾伦, 刘宇, 等. 气相色谱-质谱法检测湘式挤压糕点中 4 种光引发剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, (10): 3980-3986.
- Xu WY, Liu YL, Liu Y, *et al.* Determination of 4 kinds of photoinitiators in Xiang-style pastry food by gas-chromatography-mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2017, (10): 3980-3986.
- [14] 李中皓, 吴帅宾, 刘珊珊, 等. 超高效液相色谱法快速检测纸质印刷包装材料中 10 种受限制光引发剂[J]. 分析化学, 2013, 41(12): 1817-1824.
- Li ZH, Wu SB, Liu SS, *et al.* Rapid detection of ten restricted photoinitiators in paper-made packaging based on ultra performance convergence chromatography [J]. *J Anal Sci*, 2013, 41(12): 1817-1824
- [15] 陶运来, 田素润. 凝胶渗透色谱-气相色谱-串联质谱法测定牛奶中的两种光引发剂[J]. 化学分析计量, 2018, (9): 11-15.
- Tao YL, Tian SR. Determination of two photoinitiators in milk by gel permeation chromatography-gas chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Chem Anal Meter*, 2018, (9): 11-15.
- [16] 张居舟, 李静, 何俊, 等. 基于凝胶渗透色谱-气相色谱串联质谱法的食品包装印刷油墨中光引发剂的测定[J]. 中国印刷于包装研究, 2014, 6: 118-123.
- Zhang JZ, Li J, He J, *et al.* Simultaneous determination of 8 photoinitiators in the printing inks used in food plastic packaging materials with GPC-GC-MS/MS method [J]. *China Print Packag Study*, 2014, 6: 118-123.

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介

袁琳嫣, 硕士, 中级工程师, 主要研究方向为食品相关产品质量与安全检测以及相关的风险评估。

E-mail: yuanly@sqi.org.cn